
**Mesurage de la radioactivité dans
l'environnement — Sol —**

Partie 4:
**Plutonium 238 et plutonium 239
+ 240 — Méthode d'essai par
spectrométrie alpha**

Measurement of radioactivity in the environment — Soil —

*Part 4: Plutonium 238 and plutonium 239 + 240 — Test method using
alpha spectrometry*

ISO 18589-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/fl df0ba2-c6f1-4e4b-bf33-5a1b411388b3/iso-18589-4-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 18589-4:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/fl df0ba2-c6fl-4e4b-bf33-5a1b411388b3/iso-18589-4-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/fl df0ba2-c6fl-4e4b-bf33-5a1b411388b3/iso-18589-4-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	1
4 Symboles	2
5 Principe	2
6 Réactifs chimiques et appareillage	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Désorption du plutonium.....	3
7.2 Séparation chimique.....	3
7.3 Préparation de la source à mesurer.....	3
7.3.1 Généralités.....	3
7.3.2 Méthode par électrodéposition.....	3
7.3.3 Méthode par coprécipitation.....	4
7.4 Détermination du mouvement propre.....	4
7.5 Mesurage.....	4
8 Expression des résultats	4
8.1 Calcul de l'activité par unité de masse.....	4
8.2 Incertitude-type.....	5
8.3 Seuil de décision.....	5
8.4 Limite de détection.....	5
8.5 Limites de l'intervalle de confiance.....	6
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Désorption du plutonium	7
Annexe B (informative) Séparation chimique du plutonium par un solvant organique	11
Annexe C (informative) Séparation chimique du plutonium sur une résine anionique	13
Annexe D (informative) Séparation chimique du plutonium par des résines spécifiques	15
Annexe E (informative) Préparation de la source par électrodéposition	18
Annexe F (informative) Préparation de la source par coprécipitation	21
Bibliographie	23

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 2, *Radioprotection*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18589-4:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- révision de l'introduction conformément à l'introduction générale adoptée pour les normes publiées traitant du mesurage de la radioactivité dans l'environnement;
- obligation de faire référence dans le texte à l'ISO 18589-2.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18589 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Tout individu est exposé à des rayonnements naturels. Les sources naturelles de rayonnement sont les rayons cosmiques et les substances radioactives naturellement présentes dans la terre, la faune et la flore, incluant le corps humain. Les activités anthropiques impliquant l'utilisation de rayonnements et de substances radioactives s'ajoutent à l'exposition aux rayonnements résultant de cette exposition naturelle. Certaines de ces activités, dont l'exploitation minière et l'utilisation de minerais contenant des matières radioactives naturelles (MRN) ainsi que la production d'énergie par combustion de charbon contenant ces substances, ne font qu'augmenter l'exposition des sources naturelles de rayonnement. Les centrales électriques nucléaires et autres installations nucléaires emploient des matières radioactives et génèrent des effluents et des déchets radioactifs dans le cadre de leur exploitation et leur déclassement. L'utilisation de matières radioactives dans les secteurs de l'industrie, de l'agriculture et de la recherche connaît un essor mondial.

Toutes ces activités anthropiques provoquent des expositions aux rayonnements qui ne représentent qu'une petite fraction du niveau moyen mondial d'exposition naturelle. Dans les pays développés, l'utilisation des rayonnements à des fins médicales représente la plus importante source anthropique d'exposition aux rayonnements et qui de plus ne cesse d'augmenter. Ces applications médicales englobent la radiologie diagnostique, la radiothérapie, la médecine nucléaire et la radiologie interventionnelle.

L'exposition aux rayonnements découle également d'activités professionnelles. Elle est subie par les employés des secteurs de l'industrie, de la médecine et de la recherche qui utilisent des rayonnements ou des substances radioactives, ainsi que par les passagers et le personnel navigant pendant les voyages aériens. Le niveau moyen des expositions professionnelles est généralement inférieur au niveau moyen mondial des expositions naturelles aux rayonnements (voir Référence [1]).

Du fait de l'utilisation croissante des rayonnements, le risque pour la santé et les préoccupations du public augmentent. Par conséquent, toutes ces expositions sont régulièrement évaluées afin:

- de mieux connaître les niveaux mondiaux et les tendances temporelles de l'exposition du public et des salariés;
- d'évaluer les composantes de l'exposition et de chiffrer leur importance relative;
- d'identifier de nouvelles problématiques qui peuvent mériter une plus grande attention et une surveillance. Alors que les doses reçues par les travailleurs sont le plus souvent mesurées directement, celles reçues par le public sont habituellement évaluées par des méthodes indirectes qui consistent à exploiter les résultats des mesurages de la radioactivité de déchets, effluents et/ou échantillons environnementaux.

Afin de garantir que les données obtenues dans le cadre de programmes de surveillance de la radioactivité permettent de répondre à l'objectif de l'évaluation, il est primordial que les parties prenantes (par exemple, les exploitants de site nucléaire, les organismes de réglementation et les autorités locales) conviennent des méthodes et modes opératoires appropriés pour obtenir des échantillons représentatifs ainsi que pour la manipulation, le stockage, la préparation et le mesurage des échantillons pour essai. Il est également nécessaire de procéder systématiquement à une évaluation de l'incertitude globale de mesure. Pour toute décision en matière de santé publique s'appuyant sur des mesures de la radioactivité, il est capital que les données soient fiables, comparables et adéquates par rapport à l'objectif de l'évaluation; c'est pourquoi les normes internationales spécifiant des méthodes d'essai des radionucléides qui ont été vérifiées par des essais et validées sont un outil important dans l'obtention de tels résultats de mesure. L'application de normes permet également de garantir la comparabilité des résultats d'essai dans le temps et entre différents laboratoires d'essai. Les laboratoires les appliquent pour démontrer leurs compétences techniques et pour passer les essais d'aptitude lors d'études interlaboratoires, deux conditions préalables à l'obtention d'une accréditation nationale.

À l'heure actuelle, plus d'une centaine de Normes internationales sont à la disposition des laboratoires d'essai pour leur permettre de mesurer les radionucléides dans différentes matrices.

Les normes générales aident les laboratoires d'essai à maîtriser le processus de mesure en définissant les exigences et méthodes générales d'étalonnage des appareils et de validation des techniques. Ces normes viennent à l'appui de normes spécifiques qui décrivent les méthodes d'essai à mettre en œuvre par le personnel, par exemple pour différents types d'échantillons. Les normes spécifiques couvrent les méthodes d'essai relatives aux:

- radionucléides naturels (comprenant le ^{40}K , le ^3H , le ^{14}C et les radionucléides des familles radioactives du thorium et de l'uranium, notamment le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , le ^{234}U , le ^{238}U et le ^{210}Pb) qui peuvent être retrouvés dans des matériaux issus de sources naturelles ou qui peuvent être émis par des procédés technologiques impliquant des matières radioactives naturelles (par exemple, l'exploitation minière et le traitement des sables minéraux ou la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);
- radionucléides anthropiques, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le ^3H , le ^{14}C , le ^{90}Sr et les radionucléides émetteurs gamma retrouvés dans les déchets, les effluents liquides et gazeux, dans les matrices environnementales (telles que l'eau, l'air, le sol, le biote), dans l'alimentation et dans les aliments pour animaux à la suite de rejets autorisés dans l'environnement, d'une contamination par des retombées radioactives engendrées par l'explosion dans l'atmosphère de dispositifs nucléaires et d'une contamination par des retombées radioactives résultant d'accidents tels que ceux qui se sont produits à Tchernobyl et à Fukushima.

La fraction du débit de dose d'exposition au rayonnement bruit de fond due aux rayonnements environnementaux, principalement aux rayonnements gamma, qu'une personne reçoit est très variable et dépend de plusieurs facteurs tels que la radioactivité de la roche locale et du sol local, la nature des matériaux de construction et la construction des bâtiments dans lesquels les personnes vivent ou travaillent.

Une détermination fiable de l'activité massique des radionucléides émetteurs gamma dans différentes matrices est nécessaire pour évaluer le niveau potentiel d'exposition des êtres humains, vérifier la conformité à la législation en matière d'environnement et de radioprotection ou donner des recommandations visant à limiter les risques sur la santé. Les radionucléides émetteurs gamma sont également utilisés en tant que traceurs en biologie, médecine, physique, chimie et ingénierie. Un mesurage précis de l'activité des radionucléides est également nécessaire pour la sécurité intérieure et dans le cadre du traité de non-prolifération (T.N.P.).

Le présent document décrit les exigences génériques s'appliquant à la quantification de l'activité des isotopes du ^{238}Pu et du plutonium 239 + 240 dans des échantillons de sol suite à un échantillonnage, à un traitement des échantillons et à une préparation des échantillons pour essai dans un laboratoire d'essai ou sur site appropriés.

Le présent document doit être utilisé dans le cadre d'un système de management de l'assurance qualité (ISO/IEC 17025).

L'ISO 18589 est publiée en plusieurs parties, à utiliser ensemble ou séparément selon les besoins. Elles sont complémentaires entre elles et s'adressent aux personnes chargées de déterminer la radioactivité présente dans les sols, les socles rocheux et le minerai (MRN ou MRNAT). Les deux premières parties sont générales et décrivent la définition des programmes et des techniques d'échantillonnage, des méthodes de traitement général d'échantillons dans le laboratoire (ISO 18589-1), ainsi que la stratégie d'échantillonnage et la technique d'échantillonnage des échantillons de sol, la manipulation et la préparation des échantillons de sol (ISO 18589-2). L'ISO 18589-3 à l'ISO 18589-5 traitent de méthodes d'essai propres à un nucléide pour quantifier l'activité massique des radionucléides émetteurs gamma (ISO 18589-3 et ISO 20042), des isotopes de plutonium (ISO 18589-4) et du ^{90}Sr (ISO 18589-5) des échantillons de sol. L'ISO 18589-6 traite des mesurages non spécifiques pour quantifier rapidement des activités alpha globale ou bêta globale et l'ISO 18589-7 décrit un mesurage in situ de radionucléides émetteurs gamma.

Les méthodes d'essai décrites dans l'ISO 18589-3 à l'ISO 18589-6 peuvent également être utilisées pour mesurer les radionucléides dans une boue, dans un sédiment, dans un matériau de construction et dans des produits de construction en suivant un mode opératoire d'échantillonnage approprié.

Le présent document fait partie d'un ensemble de Normes internationales traitant du mesurage de la radioactivité dans l'environnement.

D'autres parties sont susceptibles d'être ajoutées ultérieurement à l'ISO 18589, s'il devient nécessaire de normaliser les mesurages d'autres radionucléides.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 18589-4:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/fldf0ba2-c6f1-4e4b-bf33-5a1b411388b3/iso-18589-4-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/fldf0ba2-c6f1-4e4b-bf33-5a1b411388b3/iso-18589-4-2019>

Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol —

Partie 4:

Plutonium 238 et plutonium 239 + 240 — Méthode d'essai par spectrométrie alpha

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesure des isotopes du ^{238}Pu et du plutonium 239 + 240 dans le sol, par spectrométrie alpha à l'aide de techniques de séparation chimique.

La méthode peut être utilisée pour tout type d'étude ou de contrôle de l'environnement. Ces techniques peuvent également être utilisées pour le mesurage de niveaux d'activité très faibles, à savoir un ou deux ordres de grandeur inférieurs au niveau de radionucléides émetteurs alpha naturels.

Les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent également être utilisées pour mesurer les radionucléides dans une boue, dans un sédiment, dans un matériau de construction et dans des produits de construction en suivant un mode opératoire d'échantillonnage approprié^{[2][3][4][5][7][8]}.

La masse de la prise d'essai dépend de l'activité prévue de l'échantillon et de la limite de détection requise. Dans la pratique, elle peut être constituée de 0,1 g à 100 g de l'échantillon pour essai.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 11074, *Qualité du sol — Vocabulaire*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 18589-1, *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol — Partie 1: Lignes directrices générales et définitions*

ISO 18589-2, *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol — Partie 2: Lignes directrices pour la sélection de la stratégie d'échantillonnage, l'échantillonnage et le prétraitement des échantillons*

ISO 80000-10, *Grandeurs et unités — Partie 10: Physique atomique et nucléaire*

Guide ISO/IEC 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 11074, l'ISO 18589-1 et l'ISO 80000-10 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 Symboles

m	masse de la prise d'essai, en kilogrammes;
a	activité par unité de masse, en becquerel par kilogramme;
A	activité de l'élément traceur ajouté, en becquerel, à la date du mesurage;
t_g	temps de comptage de l'échantillon, en secondes;
t_0	temps de comptage du mouvement propre, en secondes;
r_g, r_{gt}	taux de comptage brut par seconde de l'isotope du plutonium mesuré et de l'élément traceur, respectivement;
r_0, r_{0t}	taux de comptage du mouvement propre par seconde de l'isotope du plutonium mesuré et de l'élément traceur, respectivement;
R	rendement total des mesurages;
$u(a)$	incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerel par kilogramme;
U	incertitude élargie, en becquerel par kilogramme, calculée par $U = k \cdot u(a)$ avec $k = 1, 2, \dots$;
a^*	seuil de décision, en becquerel par kilogramme;
$a^\#$	limite de détection, en becquerel par kilogramme;
$a^\triangleleft, a^\triangleright$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerel par kilogramme.

5 Principe

Le plutonium est déposé en tant que source mince pour être mesuré par spectrométrie alpha à l'aide d'une chambre à grille ou d'un appareil de type détecteur à semi-conducteur. Les sources sont généralement préparées par électrodéposition ou coprécipitation après une séparation chimique et une purification des isotopes du plutonium présents dans la prise d'essai^{[9][10][11][12]}. Un dépôt direct sur la coupelle, par électrospray, peut aussi être mis en œuvre.

Des modes opératoires spécifiques de séparation chimique et de purification sont requis de manière à éviter toute interférence due à la présence d'émetteurs naturels ou artificiels α et de nucléides stables dans l'échantillon, qui sont souvent en quantités plus importantes que celles des isotopes du plutonium au cours de leur mesurage.

Ces modes opératoires permettent d'éliminer les principales sources d'interférence, qui sont:

- la teneur en sel des solutions de lixiviation, plus particulièrement les éléments hydrolysables, afin de préparer la source déposée la plus mince;
- d'autres radionucléides émetteurs α , tels que ^{241}Am et les isotopes du thorium, dont les émissions peuvent interférer avec celles des isotopes du plutonium.

Le rendement total pour chaque analyse (rendement de la séparation chimique, dépôt d'une couche mince et mesurage) est déterminé par ajout d'une solution étalon de ^{236}Pu ou ^{242}Pu considérée comme élément traceur. Ainsi, le mode opératoire d'essai doit inclure un cycle de valence, qui permet d'ajuster l'élément traceur et les isotopes du plutonium à mesurer au même degré d'oxydation, de manière à obtenir un comportement chimique identique pour tous ces éléments.

6 Réactifs chimiques et appareillage

Les réactifs chimiques et l'appareillage sont décrits dans l'[Annexe A](#) pour la désorption du plutonium, dans les [Annexes B, C et D](#) pour le traitement chimique et dans les [Annexes E et F](#) pour la préparation de la source déposée.

Tous les réactifs chimiques nécessaires pour réaliser ce mode opératoire doivent être de qualité analytique reconnue.

7 Mode opératoire

7.1 Désorption du plutonium

Il est nécessaire de désorber le plutonium de la prise d'essai de sol et dans une solution. Quand le plutonium est adsorbé dans des particules de sol à partir d'une solution aqueuse ou dans des particules de retombées atmosphériques déposées directement sur le sol, il est désorbé facilement par un traitement direct à l'acide. Le plutonium métabolisé par les animaux ou les végétaux forme un complexe organique qui peut être trouvé dans des échantillons de sol. Il peut être libéré par la destruction de la matière organique présente dans les sols par la calcination des échantillons pour essai à des températures comprises entre 550 °C et 600 °C. Dans certains cas, le plutonium peut, lorsqu'il est chauffé, former des composés réfractaires nécessitant un traitement à l'acide fluorhydrique ou une fusion pour les rendre solubles^[12].

L'[Annexe A](#) décrit deux méthodes de désorption du plutonium.

Afin de quantifier le rendement d'extraction, un élément traceur est ajouté au début de cette étape du mode opératoire; une durée suffisante, généralement allant jusqu'à un jour, permet d'atteindre l'équilibre avant de commencer la désorption du plutonium.

7.2 Séparation chimique

Il existe trois techniques courantes de séparation chimique du plutonium: l'extraction liquide-liquide, l'extraction au moyen d'une résine échangeuse d'ions ou l'extraction par chromatographie sur résine spécifique. Une méthode propre à chaque technique est présentée dans les [Annexes B à D](#): la séparation par solvant organique,^[14] par une résine anionique^[14] ou par extraction à l'aide d'une résine chromatographique^{[16][17]}.

7.3 Préparation de la source à mesurer

7.3.1 Généralités

La source peut être préparée par dépôt, soit par électrodéposition sur une coupelle (un disque en acier inoxydable) ([7.3.2](#)), soit par coprécipitation ([7.3.3](#)).

7.3.2 Méthode par électrodéposition

L'électrodéposition intervient après la séparation chimique du plutonium des éléments interférents. Elle permet le dépôt électrochimique des radionucléides en une couche ultramince sur la coupelle.^[17] ^[18] Le mode opératoire décrit dans l'[Annexe E](#) s'applique aux trois méthodes de séparation chimique décrites dans les [Annexes B, C et D](#).

NOTE L'électrodéposition ne constitue pas une méthode sélective, dans la mesure où les cations métalliques, susceptibles de former des hydroxydes insolubles, peuvent être déposés en même temps que le plutonium.